



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0026837

(51)⁸ D21C 9/16; C08B 15/00; D21C 1/00; (13) B
D21C 9/00; D21C 9/10; C08B 1/00;
D21C 1/04

(21) 1-2017-04494

(22) 06/05/2016

(86) PCT/US2016/031086 06/05/2016

(87) WO2016/182867 17/11/2016

(30) 62/161,545 14/05/2015 US

(45) 25/12/2020 393

(43) 25/01/2018 358A

(73) DUPONT NUTRITION USA, INC. (US)

974 Centre Road Wilmington, DE 19805, United States of America

(72) TAN, Zheng (CA); EUSTACE, Simon (IE); SESTRICK, Michael (US); ONDOV, Jeremy (US).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT XENLULOZA VI TINH THỂ

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng, phương pháp này bao gồm việc trung hòa hoặc kiềm hóa hỗn hợp phản ứng sản xuất vi tinh thể có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng, thường được tạo ra bằng cách thủy phân bằng axit hoặc bằng cách chiếu chùm điện tử, sau đó bổ sung chất oxy hóa vào hỗn hợp phản ứng. Phương pháp này cho phép tạo ra được xenluloza vi tinh thể có đặc tính nén cũng như độ bền màu mong muốn, thích hợp để làm chất kết dính trong lĩnh vực dược, từ bột giấy và bột nhào có độ tinh khiết thấp khác.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng, phương pháp này bao gồm việc trung hòa hoặc kiềm hóa hỗn hợp phản ứng sản xuất vi tinh thể có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng, thường được tạo ra bằng cách thủy phân bằng axit hoặc bằng cách chiếu chùm điện tử, sau đó bổ sung chất oxy hóa vào hỗn hợp phản ứng. Phương pháp này cho phép tạo ra được xenluloza vi tinh thể có đặc tính nén cũng như bền màu mong muốn, thích hợp để làm chất kết dính trong lĩnh vực dược, từ bột giấy và bột nhão có độ tinh khiết thấp khác.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Xenluloza vi tinh thể, còn gọi là MCC (Microcrystalline cellulose) hoặc gel xenluloza, thường được sử dụng trong công nghiệp thực phẩm để cải thiện các tính chất hoặc tạo ra các tính chất cho sản phẩm thực phẩm cuối cùng. Ví dụ, nó được sử dụng làm chất kết dính hoặc được xử lý thêm thành chất làm ổn định dạng keo trong thực phẩm, gồm cả trong đồ uống, nhân bánh nướng, đồ tráng miệng đông lạnh, mứt, xúp và nước xốt, và các thực phẩm tương tự. Nó cũng được sử dụng rộng rãi làm chất kết dính và chất gây rã trong dược phẩm dạng viên nén, làm chất tạo huyền phù trong các chế phẩm dược dạng lỏng, và làm chất kết dính, chất gây rã, và chất trợ giúp quá trình xử lý trong công nghiệp, trong các sản phẩm gia đình như chất tẩy rửa và/hoặc viên tẩy trắng, trong các chế phẩm nông nghiệp, và các sản phẩm chăm sóc cá nhân như kem đánh răng và mỹ phẩm.

Xenluloza vi tinh thể thường được sản xuất bằng cách xử lý nguồn xenluloza, tốt hơn nếu là alpha xenluloza ở dạng bột nhão từ các vật liệu thực vật dạng xơ, bằng axit vô cơ, tốt hơn nếu là axit clohydric (thủy phân bằng axit). Axit này tấn công có chọn lọc vào các vùng có tính trật tự thấp của chuỗi mạch polyme xenluloza, nhờ đó làm lộ ra và giải phóng các vị trí tinh thể mà tạo thành các cụm tinh thể cấu thành xenluloza vi tinh thể. Sau đó, sản phẩm này được tách ra khỏi hỗn hợp phản ứng, và rửa để loại bỏ các sản phẩm phụ bị phân hủy.

Quy trình cổ điển để sản xuất MCC là quy trình thủy phân xenluloza được tinh chế bằng axit, đi tiên phong là O. A. Battista (các patent Mỹ số 2,978,446; 3,023,104; và 3,146,168). Để nỗ lực giảm chi phí trong khi vẫn duy trì hoặc cải thiện chất lượng MCC, các quy trình thay thế khác nhau đã được đề xuất. Một số trong số các quy trình này là quy trình nổ hơi (patent Mỹ số 5,769,934; Ha et al.), quy trình ép đùn có xảy ra phản ứng (patent Mỹ số 6,228,213; Hanna et al.), và quy trình phản ứng trong thiết bị phản ứng được tạo áp suất bằng oxy và/hoặc khí cacbon dioxit và vận hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100 đến 200°C. (Patent Mỹ số 5,543,511; Bergfeld et al.).

Mặc dù đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này là việc xử lý bằng cách chiếu chùm điện tử làm khử polyme hóa các vật liệu xenluloza, nhưng việc sản xuất MCC chức năng có hiệu quả tạo viên nén cao và độ trắng tốt có thể được thực hiện bằng cách xử lý bằng cách chiếu chùm điện tử vào bột xenluloza nhão, đặc biệt là các loại bột nhão có giá thành thấp, lại chưa đạt được. Các thiết bị tăng tốc chùm điện tử ở quy mô công nghiệp được sử dụng trong việc xử lý này. Nói chung, có 3 loại máy tạo chùm điện tử ở quy mô công nghiệp: các máy điện áp cao ($> 5 \text{ MeV}$); điện áp trung bình (từ 400keV đến 5 MeV); và điện áp thấp (từ 80keV đến 300 keV, đôi khi đến 500keV). Mô tả về các máy phát chùm điện tử hữu dụng trong việc xử lý các bột xenluloza nhão có trong “Industrial Radiation Processing with Electron Beams and X-rays”, 1 May 2011-revision 6 by IAEA and International Irradiation Association. Trong số tất cả các máy này, hai hệ thống trực cán xử lý giá thành thấp (trực cán bột nhão) là được quan tâm nhất: (1) hệ thống 800 keV 100 mA tự chấn Easy-e-Beam của IBA Industrial hoặc các biến thể của nó; (2) thiết bị EB năng lượng thấp của ESI (thiết bị này cũng có thể cần xử lý theo phương thức đi qua nhiều lần hoặc hai mặt do những giới hạn về độ sâu xâm nhập). Việc khử polyme hóa bằng chùm điện tử có thể được thực hiện với cường độ chiếu xạ nằm trong khoảng từ 1 MRad đến 15 MRad, ưu tiên là nằm trong khoảng từ 2 MRad đến 15 MRad. Mặc dù việc xử lý bằng chiếu xạ chùm điện tử có thể được thực hiện ở trạng thái ướt hoặc khô nhưng thường tốt hơn nếu xử lý trên các vật liệu xenluloza khô hoặc về cơ bản là khô.

Để sử dụng làm chất kết dính trong lĩnh vực dược, MCC cần có một số đặc tính nhất định bao gồm độ trắng cao và có khả năng lèn chặt viên nén tốt. Để có thể thu được MCC có những đặc tính này, thì nguyên liệu xenluloza để sản xuất MCC thương

mại được sử dụng là bột gỗ nhão được hòa tan gần như hoàn toàn (với hàm lượng alpha-xenluloza cao hơn 92%). Do đó, mong muốn có được quy trình sản xuất MCC mà thích hợp làm chất kết dính trong lĩnh vực được từ những bột nhão giá rẻ như bột giấy và các bột nhão khác có hàm lượng alpha-xenluloza nhỏ hơn hàm lượng trong bột gỗ hòa tan đang được sử dụng.

Trước đây, đã có đề xuất tăng cường độ trắng của MCC được sản xuất từ những bột nhão giá rẻ như vậy bằng cách tiến hành tẩy trắng ở những giai đoạn khác nhau trong những điều kiện tẩy trắng khác nhau. Do đó, đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số 2005/0145351 (Schaible et al) đề xuất quy trình một bước để sản xuất xenluloza vi tinh thể mà đồng thời thủy phân, khử polyme hóa và tẩy trắng bột gỗ nhão bằng cách sử dụng hợp chất oxy được hoạt hóa trong điều kiện axit. Phần nào tương tự, công bố đơn quốc tế số WO 2004/011501 (Kopesky et al) bộc lộ quy trình sản xuất xenluloza vi tinh thể bằng cách cắt bột gỗ trong điều kiện nhiệt độ và tốc độ cao, đồng thời cho phản ứng với hợp chất oxy được hoạt hóa (ưu tiên là hydro peroxit) trong điều kiện axit. Tuy nhiên, đã biết rõ rằng peroxit có tính axit sẽ tạo ra một lượng đáng kể aldehyt, keton và một số nhóm carboxyl trên bột xenluloza nhão, dẫn đến các phản ứng tạo màu và/hoặc có thể tạo ra các tương tác phản ứng với các dược phẩm (API) nếu được sử dụng trong viên nén. Ngoài ra, cũng đã biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật tẩy trắng bột nhão bằng hydro peroxit rằng peroxit có tính axit có thể có vấn đề về tính an toàn ở phạm vi thương mại do những túi peroxit không phản ứng là không bền.

Patent Mỹ số 6,392, 034 (Trusovs) bộc lộ quy trình sản xuất MCC bao gồm việc xử lý nguồn xenluloza bằng cách làm trương nở bằng kiềm; sau đó sử dụng hydro peroxit để giảm độ nhớt. Dung dịch này được lọc để tách MCC kiềm, sau đó trung hòa bằng cách xử lý bằng axit.

Patent Mỹ số 6,228,213 (Hanna et al) bộc lộ quy trình trong đó MCC được sản xuất bằng cách thủy phân bằng axit, trung hòa và rửa; sau đó tẩy trắng bằng hydro peroxit. Phần nào tương tự, patent Mỹ số 3,954,727 (Toshkov et al) bộc lộ quy trình trong đó MCC được thủy phân bằng axit được tách ra từ sản phẩm thủy phân, rửa, kiềm hóa đến độ pH=9 và tẩy trắng bằng hydro peroxit. Đáng tiếc là, MCC được sản xuất bằng các quy trình tẩy trắng tách sau như vậy phải được thực hiện thêm bước rửa để tránh biến màu sau một khoảng thời gian.

Bản chất kĩ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là có thể sản xuất xenluloza vi tinh thể có đặc tính tạo viên nén tốt và bền màu trong thời gian dài bằng quy trình trong đó chất oxy hóa, ưu tiên là hydro peroxit, được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng sản xuất xenluloza vi tinh thể có tính axit sẵn có, sau bước đầu tiên trung hòa hoặc kiềm hóa hỗn hợp phản ứng.

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất xenluloza vi tinh thể bao gồm các bước:

- a) chuẩn bị bột xenluloza nhão và xử lý bột này bằng quy trình sản xuất xenluloza vi tinh thể để tạo ra hỗn hợp phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng;
- b) cho vật liệu kiềm với lượng đủ vào hỗn hợp phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng này để tạo ra hỗn hợp phản ứng được trung hòa ở dạng dung dịch sét lỏng có độ pH nằm trong khoảng từ 7 đến 12;
- c) cho chất oxy hóa vào hỗn hợp phản ứng được trung hòa để tạo ra hỗn hợp phản ứng được tẩy trắng chứa xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng; và
- d) tách xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng ra khỏi hỗn hợp phản ứng được tẩy trắng.

Phương pháp này cho phép từ bột giấy và bột nhão có độ tinh khiết thấp khác tạo ra được xenluloza vi tinh thể có độ bền màu mong muốn và thể hiện đặc tính nén thích hợp để làm chất kết dính trong lĩnh vực dược.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất xenluloza vi tinh thể bao gồm các bước:

- a) chuẩn bị bột xenluloza nhão và xử lý bột này bằng quy trình sản xuất xenluloza vi tinh thể để tạo ra hỗn hợp phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng;
- b) cho vật liệu kiềm với lượng đủ vào hỗn hợp phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng này để tạo ra hỗn hợp phản ứng được trung hòa có độ pH nằm trong khoảng từ 7 đến 12;
- c) cho chất oxy hóa vào hỗn hợp phản ứng được trung hòa để tạo ra hỗn hợp phản ứng được tẩy trắng chứa xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng; và

d) tách xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng ra khỏi hỗn hợp phản ứng được tẩy trắng.

Ở bước đầu tiên của quy trình theo sáng chế, vật liệu bột xenluloza nhão được xử lý bằng quy trình sản xuất xenluloza vi tinh thể để tạo ra hỗn hợp phản ứng có tính axit. Thông thường, việc này được thực hiện bằng cách thủy phân vật liệu bột nhão bằng axit, mặc dù các quy trình sử dụng chùm điện tử cũng có thể được sử dụng. Trong những phương án mà quy trình sử dụng chùm điện tử không được sử dụng, nước được bổ sung vào sản phẩm chiếu xạ để tạo ra sản phẩm phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng nêu trên.

Quy trình thủy phân bằng axit mà có thể được sử dụng để tạo ra hỗn hợp phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng này gồm cả quy trình thủy phân bằng axit truyền thống (ví dụ, các quy trình được mô tả trong các patent Mỹ số 2,978,446, 3,023,104 và 3,146,168) cũng như các quy trình thủy phân bằng axit đã biết khác để sản xuất MCC. Các phương pháp này có thể gồm SO_2 /axit sulfuro, axit oxalic, axit trifloaxetic (TFA - trifluoroacetic acid), axit uric, axit triflometansulfonic, axit 4-metylbenzensulfonic, poly (axit 4-vinylbenzensulfonic), các muối kim loại có tính axit như kẽm clorua, sắt(II) sulfat, sắt(III) clorua, đồng sulfat/clorua, vanadyl sulfat, và polyoxometalat (axit heteropoly) bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, axit Keggin như $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$, $\text{H}_4\text{PW}_{11}\text{VO}_{40}$, $\text{H}_4\text{SiW}_{12}\text{O}_{40}$, $\text{H}_3\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}$, và $\text{H}_4\text{SiMo}_{12}\text{O}_{40}$, v.v.

Tương tự, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiểu quy trình sản xuất xenluloza vi tinh thể từ bột xenluloza nhão sử dụng chùm điện tử.

Có thể có được nguồn bột nhão được sử dụng làm nguyên liệu từ rất nhiều nguồn khác nhau. Các ví dụ gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, bột Kraft được tẩy trắng, bán tẩy trắng, hoặc không được tẩy trắng, bột Kraft kapa cao (bìa lót), bột sulfit được tẩy trắng hoặc không được tẩy trắng, bột nấu kiềm, bột nghiền dung môi (hữu cơ), bột nghiền bán hóa học, bột lông tơ, bột gỗ mềm, bột gỗ cứng, bột bạch đàn, bột mùn cưa, các loại bột không phải bột gỗ như từ rạ, rơm, rạ lúa mì, thân/rạ ngô, sợi gai dầu, cây dâm bụt Đông Ấn Độ, cây gai, cây tre, bã mía, cây chuối abaca, trấu, vỏ lạc, các bã xenluloza nông nghiệp khác nhau, xơ hoa quả, vỏ cam quýt, xơ củ cải đường, vỏ cây, xenluloza rong biển hoặc tảo, bột từ thùng các tông cũ (OCC - old corrugated

container), bột giấy tái chế và các hỗn hợp của chúng. Những bột gỗ đặc biệt mà có thể được sử dụng gồm bột kraft gỗ mềm phương bắc được tẩy trắng (NBSK - northern bleached softwood kraft), bột kraft gỗ mềm phương bắc được tẩy trắng (SBSK - southern bleached softwood kraft), bột kraft gỗ cứng được tẩy trắng (BHK - bleached hardwood kraft), bột kraft bạch đàn được tẩy trắng (BEK - bleached eucalyptus kraft), và các loại bột nhão sulfit khác nhau.

Theo một số phương án, bột nhão được sử dụng có hàm lượng alpha xenluloza nhỏ hơn 92% khối lượng, và thậm chí nhỏ hơn 90% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của bột nhão. Mặc dù vậy, cần hiểu rằng bột nhão hòa tan có hàm lượng alpha xenluloza là 92% hoặc cao hơn cũng có thể được sử dụng làm nguyên liệu.

Bột nhão nguyên liệu cũng có thể được xử lý bằng các quy trình xử lý/xử lý sơ bộ khác nhau, như, nhưng không chỉ giới hạn ở: thủy phân bằng axit trước, khử polyme hóa một phần, xử lý oxy hóa, xử lý bằng chùm điện tử/UV, xử lý hóa học có xúc tác, xử lý enzym, xử lý cơ học. Các ví dụ cụ thể gồm bã xenluloza “cứng đầu” từ quy trình xử lý enzym như từ các quy trình tinh chế sinh học; và bột nhão được khử polyme hóa hoặc khử polyme hóa một phần (bằng hóa học hoặc chùm điện tử).

Bước a) của quy trình sản xuất xenluloza vi tinh thể tạo ra hỗn hợp phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng. Nếu quy trình thủy phân bằng axit được sử dụng, hỗn hợp phản ứng sẽ ở dạng dung dịch sét lỏng xenluloza vi tinh thể chứa xenluloza vi tinh thể và dịch sản phẩm thủy phân. Nếu quy trình chiếu chùm điện tử được sử dụng, có thể bổ sung nước vào để tạo ra hỗn hợp phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng.

Ở bước b, độ pH của hỗn hợp phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng này được tăng đến khoảng từ 7 đến 12 bằng cách bổ sung vật liệu kiềm, nhờ đó tạo thành hỗn hợp phản ứng được trung hòa. Vật liệu kiềm bất kỳ có thể được sử dụng, thường được sử dụng là natri hydroxit, amoniac, kali hydroxit, lithi hydroxit, natri cacbonat, và canxi hydroxit, canxi oxit và các hỗn hợp của chúng. Natri hydroxit thường được sử dụng nhiều hơn. Lượng vật liệu kiềm được đưa vào sẽ thay đổi tùy thuộc vào một số yếu tố, gồm quy trình sản xuất vi tinh thể cụ thể được sử dụng ở bước a, vật liệu kiềm cụ thể được sử dụng, và các yếu tố tương tự. Tuy nhiên, người có hiểu

biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể dễ dàng xác định được lượng kiềm thích hợp cần bổ sung vào bằng thực nghiệm.

Khi độ pH đã tăng lên đến khoảng mong muốn, ở bước c của quy trình, chất oxy hóa được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng được trung hòa để phản ứng tạo ra hỗn hợp phản ứng được tẩy trắng. Các chất oxy hóa hữu dụng trong quy trình của sáng chế là các hợp chất không ở dạng khí ở áp suất và nhiệt độ tiêu chuẩn, và gồm một hoặc nhiều trong số các chất: hydro peroxit, axit peroxy, este peroxy và hydroperoxit; các peroxit vô cơ như các muối của kim loại kiềm với axit peroxymonosulfuric và axit peroxydisulfuric, và các muối peroxit của kali và amoni tương ứng, kali peroxydiphosphat; các muối của axit peroxymonophosphoric, axit peroxydiphosphoric, axit peroxytitanic, axit peroxydistannic, axit peroxydigermanic và axit peroxychromic; và các peroxit hữu cơ như natri peroxymonocacbonat, kali peroxydicacbonat, axit peroxyoxalic, axit peroxy formic, axit peroxy benzoic, axit peroxy axetic (axit peraxetic), benzoyl peroxit, oxaloyl peroxit, lauroyl peroxit, axetyl peroxit, t-butyl peroxit, t-butyl peraxetat, t-butyl peroxy pivalat, cumen hydroperoxit, dicumyl peroxit, 2-metyl pentanoyl peroxit, và các chất tương tự, gồm cả các hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất này.

Chất oxy hóa được ưu tiên là hydro peroxit, chất này thường được sử dụng ở dạng dung dịch trong nước. Có thể sử dụng nồng độ bất kỳ, như những loại thương mại có nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 30% khối lượng đến khoảng 70% khối lượng.

Chất oxy hóa được đưa vào với lượng đủ để tẩy trắng đến mức độ mong muốn xenluloza vi tinh thể có trong hỗn hợp phản ứng được trung hòa, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể dễ dàng xác định lượng thích hợp theo thực nghiệm. Khi là hydro peroxit, nó thường được đưa vào với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 15% khối lượng, tính theo khối lượng bột xenluloza đã khô.

Các bước tẩy trắng và trung hòa axit (bước b và bước c) có thể được thực hiện, trong cùng thiết bị phản ứng, hoặc trong bình phản ứng bất kỳ (như bình hứng) trước bước tách d. Nói chung, các bước này được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 120°C, mặc dù nhiệt độ cao hơn hoặc nhỏ hơn cũng có thể được sử dụng. Khi (các) bước này được thực hiện ở nhiệt độ trên 100°C, chất kiềm và chất oxy hóa

cần được phun vào bình hoặc thiết bị phản ứng. Thông thường, nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60°C đến 105°C, thông thường hơn là nằm trong khoảng từ 70°C đến 105°C. Thời gian phản ứng của bước c có thể nằm trong khoảng từ 1 phút hoặc ít hơn đến 180 phút hoặc lâu hơn, và thường là nằm trong khoảng từ 5 phút đến 60 phút.

Bất ngờ phát hiện ra rằng trong bước tẩy trắng, độ pH của hỗn hợp phản ứng được trung hòa được tẩy trắng giảm xuống đến khoảng axit, điều này là bất ngờ và đặc biệt hữu dụng trong trường hợp quy trình thủy phân bằng axit được sử dụng ở bước a, vì điều này làm cho dễ khử nước cho bánh MCC ướt được tạo ra bằng việc tách xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng ở bước d. Không bị bó buộc bởi lý thuyết bất kỳ, sự thay đổi độ pH này được tin là kết quả của phản ứng của chất oxy hóa kiềm với sản phẩm thủy phân lỏng.

Xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng có thể được tách ra khỏi hỗn hợp phản ứng được tẩy trắng theo phương pháp bất kỳ đã biết rõ đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, thường là bằng cách lọc, để thu được xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng ở dạng bánh ướt.

Bánh ướt mà được rửa và/hoặc lọc có thể được xử lý thêm. Việc xử lý thêm như vậy có thể liên quan đến việc làm khô vật liệu (thường là làm khô bằng cách sấy phun) hoặc đồng xử lý bánh ướt này bằng các vật liệu hydrocoloit như carboxymetyl xenluloza.

Xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng được sản xuất theo phương pháp của sáng chế có đặc tính nén cũng như độ bền màu mong muốn, thích hợp để làm chất kết dính trong lĩnh vực dược. Những đặc tính này vẫn được thấy ngay cả khi bột nhão có hàm lượng alpha xenluloza nhỏ hơn bột nhão hòa tan mà thường được sử dụng để sản xuất xenluloza vi tinh thể được sử dụng làm nguyên liệu.

MCC được sản xuất ra theo quy trình của sáng chế là hữu dụng trong các chế phẩm thực phẩm, dinh dưỡng, dược phẩm, thực phẩm chức năng, hóa chất công nghiệp, sơn, latec, phủ, hóa nông, mỹ phẩm, chăm sóc cá nhân, và kem đánh răng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ dưới đây được nêu nhằm mục đích minh họa sáng chế theo các dấu hiệu cơ bản của sáng chế, không nhằm mục đích giới hạn theo cách bất kỳ phạm vi của sáng chế như nêu trong phần Yêu cầu bảo hộ.

Ví dụ 1

Sử dụng thiết bị phản ứng Paar Bomb, tiến hành thủy phân bằng axit bột giấy kraft gỗ mềm phương nam được tẩy trắng giá rẻ, có hàm lượng alpha xenluloza nhỏ hơn 92%, sử dụng axit clohydric để tạo thành sản phẩm phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng. Phần thứ nhất của dung dịch sét lỏng này được lọc, rửa và sấy phun để tạo thành “MCC không được tẩy trắng”.

Phần thứ hai của dung dịch sét lỏng này được tẩy trắng như sau: cho 0,5% NaOH vào dung dịch MCC dạng sét lỏng để điều chỉnh độ pH đến 12 trước khi tiến hành tẩy trắng bằng peroxit. Việc tẩy trắng được tiến hành bằng cách sử dụng 5% peroxit tính theo khối lượng xenluloza, ở 100 C° trong 15 phút. Sau đó, thấy rằng độ pH của dung dịch dạng sét lỏng giảm xuống đến 3. Dung dịch MCC được tẩy trắng dạng sét lỏng này được lọc để tách MCC, sau đó rửa bằng nước và sấy phun thành bột MCC, “MCC được tẩy trắng”.

Độ sáng và độ trắng CIE của MCC không được tẩy trắng và MCC được tẩy trắng được xác định bằng cách sử dụng sắc kế Macbeth (Color-Eye 3100). Kết quả của các phép đo này, cùng với các kết quả của sản phẩm MCC thương mại (AVICEL PH 101) được sản xuất từ bột nhão hòa tan được tóm tắt trong Bảng 1 dưới đây:

Bảng 1

MCC	Độ trắng	Độ sáng
AVICEL PH101	75,2	85,6
MCC không được tẩy trắng	64,3	78,9
MCC được tẩy trắng	79,9	88,5

Các kết quả trên cho thấy quy trình của sáng chế cho phép sản xuất ra MCC từ bột giấy có độ trắng và độ sáng có thể so sánh được với độ trắng và độ sáng của sản phẩm MCC thương mại được sản xuất từ bột nhão hòa tan.

Khả năng lèn chặt MCC không được tẩy trắng và MCC được tẩy trắng được tạo ra trên đây được đánh giá bằng cách sử dụng thiết bị mô phỏng lèn chặt ESH trong điều kiện sau cho các vật liệu MCC tinh khiết: khoảng thời gian của chu trình 0,12 giây; thời gian nghỉ 6 mili giây; khối lượng viên nén 500mg, tròn, phẳng, đường kính 13 mm. Lực nén nằm trong khoảng từ 3kN đến 18 kN, và độ cứng được thử sau 24 giờ. Khả năng lèn chặt của MCC là hệ số góc giữa độ bền kéo của viên nén (MPa) và áp lực lèn chặt (MPa). Các kết quả của việc đánh giá này, cùng với các kết quả của sản phẩm MCC thương mại (AVICEL PH 101) được sản xuất từ bột nhão hòa tan được tóm tắt trong Bảng 2:

Bảng 2

MCC	Khả năng lèn chặt của viên nén Hệ số góc, 10^{-2}	Độ bền kéo ở 85 MPa	Độ cứng ở 11kN
AVICEL PH101	7,9	6,0	380,3
MCC không được tẩy trắng	7,3	5,4	341,2
MCC được tẩy trắng	7,9	5,6	351,9

Các kết quả trên cho thấy MCC được tẩy trắng được sản xuất theo quy trình của sáng chế sử dụng nguyên liệu bột giấy có đặc tính lèn chặt có thể so sánh được với đặc tính lèn chặt của MCC thương mại được sản xuất từ bột nhão hòa tan cao cấp.

Một kết quả bất ngờ của quy trình tẩy trắng bằng kiềm theo sáng chế là độ pH của dung dịch MCC được tẩy trắng/sản phẩm thủy phân dạng sét lỏng trở nên có tính axit khi tẩy trắng xong. Kết quả này làm cho quy trình tẩy trắng của sáng chế có thể ứng dụng thực tế trong sản xuất công nghiệp, bởi vì độ pH axit cuối cùng tạo điều kiện thuận lợi cho việc lọc và rửa MCC để tạo thành bánh ướt, làm cho quá trình khử nước trở nên dễ dàng hơn.

Ví dụ 2

Thực hiện quy trình thủy phân bằng axit, thu được dung dịch phản ứng có tính axit ở dạng sét lỏng có độ pH=1,5. Các phản phân ước của dung dịch sét lỏng này được xử lý như sau:

A) Trung hòa dung dịch sét lỏng này đến độ pH=7 bằng cách bổ sung NaOH, và gia nhiệt đến 100 C°. Sau đó, lại cho NaOH, 0,5% vào để nâng độ pH lên bằng 12, và cho ngay 5% peroxit vào để tạo phản ứng tẩy trắng trong 15 phút. Thấy rằng dung dịch MCC được tẩy trắng dạng sét lỏng (cùng với sản phẩm thủy phân được tẩy trắng) có độ pH=4.

B) Dung dịch sét lỏng này được lọc, thu được bánh ướt MCC. Rửa bánh ướt này sao cho nó có độ pH ban đầu bằng 7. Cho NaOH (0,5%) vào để nâng độ pH lên đến 12, và cho 5% hydro peroxit vào. Gia nhiệt hỗn hợp đến 100°C trong 15 phút, sau khoảng thời gian này độ pH là từ 7 đến 8, điều này cho thấy rằng có thể sẽ cần tiến hành axit hóa lại để đủ khả năng khử nước bánh ướt được tẩy trắng.

C) Dung dịch sét lỏng này được lọc và sản phẩm thủy phân lỏng, có độ pH ban đầu là 1,5 được thu gom và trung hòa đến độ pH=7 bằng cách bổ sung NaOH, và gia nhiệt đến 100°C. Sau đó, lại cho NaOH 0,5% vào để tăng độ pH lên bằng 12, và cho ngay 5% peroxit vào để tạo phản ứng tẩy trắng trong 15 phút. Sản phẩm thủy phân được tẩy trắng này có độ pH=4.

Thử nghiệm này cũng xác nhận hiệu quả của phương pháp tẩy trắng theo sáng chế. Nó cho thấy rằng việc độ pH cuối giảm xuống mức axit vào cuối quá trình tẩy trắng, điều này bất ngờ là giúp rửa/khử nước MCC mà không cần bước axit hóa bổ sung, chủ yếu là do phản ứng của peroxit với thành phần sản phẩm thủy phân của hỗn hợp phản ứng ở dạng dung dịch sét lỏng.

Ví dụ 3

Bột giấy kraft gỗ mềm phương nam được tẩy trắng giá rẻ, có hàm lượng alpha xenluloza nhỏ hơn 92%, được xử lý sơ bộ bằng cách chiếu chùm điện tử (EB - electron beam) ở cường độ 5MRad trong máy Dynamitron đặt ở 4 MeV. Sau khi xử lý sơ bộ, thủy phân bột nhão bằng axit ở điều kiện nêu trong Bảng 3 dưới đây; sau đó tẩy trắng (Ví dụ 3). Để làm đối chứng, cũng bột nhão như vậy được thủy phân bằng axit mà không xử lý sơ bộ EB (thử nghiệm đối chứng 3A); hoặc được xử lý sơ bộ EB và thủy phân bằng axit (ở điều kiện được nêu trong Bảng 3) nhưng không được tẩy trắng (Thử nghiệm đối chứng 3B). Độ trắng của MCC và độ polyme hóa (DP - degree of polymerization) được xác định và nêu trong Bảng 3 dưới đây.

Bảng 3

Ví dụ hoặc thử nghiệm đối chứng	Cường độ EB (4 MeV)	Độ trắng bột nhão	DP bột nhão	Điều kiện thủy phân MCC	Độ trắng MCC	DP MCC
3A	0 không được xử lý	72	1320	2,5% HCl, 100°C, 150 phút	71,5 trắng	255
3B	5 MRad	58	415	2,5% HCl, 100°C, 150 phút	69	181
3	5 MRad	58	415	1,2% axit, 100°C, 75 phút, sau đó, 5% peroxit 15 phút	77	206

Các kết quả trên cho thấy rằng quy trình tẩy trắng theo sáng chế có thể được áp dụng cho nguyên liệu bột nhão mà đã được xử lý sơ bộ bằng chùm điện tử để tạo ra MCC có độ trắng được cải thiện đáng kể, sử dụng ít hóa chất axit hơn và thời gian phản ứng ngắn hơn.

Ví dụ 4

Bột giấy kraft gỗ mềm phương nam được tẩy trắng giá rẻ, có hàm lượng alpha xenluloza nhỏ hơn 92%, được xử lý bằng 10MRad trong máy Dynamitron đặt ở 4 MeV. Bột nhão được xử lý EB, mà có độ trắng là 45, được nghiền ướt để tạo ra dung dịch sét lỏng ướt; cho 0,5% NaOH và 5% hydro peroxit vào và gia nhiệt hỗn hợp đến 100°C trong 15 phút. Dung dịch MCC được tẩy trắng dạng sét lỏng được lọc/rửa, làm khô bằng tủ sấy và nghiền thành bột MCC. Độ trắng của MCC được tẩy trắng là 78; và hệ số góc về khả năng lên chặt viên nén của nó (10^{-2}) (được xác định như được mô tả trong Ví dụ 1) là 7,1. Ví dụ này cho thấy rằng quy trình tẩy trắng của sáng chế có thể được áp dụng cho những hỗn hợp phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng mà được sản xuất theo quy trình có bao gồm việc xử lý chiếu chùm điện tử.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất xenluloza vi tinh thể bao gồm các bước:

a) chuẩn bị bột xenluloza nhão và xử lý bột này bằng quy trình thủy phân bằng axit để tạo ra hỗn hợp phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng chứa xenluloza vi tinh thể và dịch sản phẩm thủy phân;

b) cho vật liệu kiềm với lượng đủ vào hỗn hợp phản ứng có tính axit ở dạng dung dịch sét lỏng này để tạo ra hỗn hợp phản ứng được trung hòa có độ pH nằm trong khoảng từ 7 đến 12, trong đó hỗn hợp phản ứng được trung hòa này chứa xenluloza vi tinh thể và dịch sản phẩm thủy phân được trung hòa;

c) cho chất oxy hóa vào hỗn hợp phản ứng được trung hòa để tạo ra hỗn hợp phản ứng được tẩy trắng chứa xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng và dịch sản phẩm thủy phân được tẩy trắng, trong đó hỗn hợp phản ứng được tẩy trắng này trở nên có tính axit; và

d) tách xenluloza vi tinh thể được tẩy trắng ra khỏi hỗn hợp phản ứng được tẩy trắng.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bột nhão có hàm lượng alpha xenluloza nhỏ hơn 92% khối lượng.

3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó bột nhão có hàm lượng alpha xenluloza nhỏ hơn 90% khối lượng.

4. Phương pháp theo điểm 3, trong đó vật liệu kiềm là natri hydroxit.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bột nhão được chọn từ nhóm bao gồm bột Kraft được tẩy trắng, bán tẩy trắng, hoặc không được tẩy trắng, bột Kraft kapa cao, bột sulfit được tẩy trắng hoặc không được tẩy trắng, bột nấu kiềm, bột nghiền dung môi (hữu cơ), bột nghiền bán hóa học, bột lông tơ, bột gỗ mềm, bột gỗ cứng, bột bạch đàn, bột mùn cưa, các loại bột không phải bột gỗ, bột từ thùng các tông cũ (OCC - old corrugated container), bột giấy tái chế và các hỗn hợp của chúng.

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó vật liệu kiểm được chọn từ nhóm bao gồm natri hydroxit, amoniac, kali hydroxit, natri cacbonat, và canxi hydroxit, canxi oxit và các hỗn hợp của chúng.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất oxy hóa được chọn từ nhóm bao gồm hydro peroxit, axit peroxy, este peroxy, hydroperoxit, các peroxit vô cơ và các peroxit hữu cơ, và các hỗn hợp của chúng.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó chất oxy hóa là hydro peroxit.

9. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước b được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 120°C.

10. Phương pháp theo điểm 9, trong đó bước b được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60°C đến 105°C.

11. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước c được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 120°C.

12. Phương pháp theo điểm 11, trong đó bước c được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60°C đến 105°C.

13. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước c được thực hiện trong khoảng từ 1 đến 180 phút.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó bước c được thực hiện trong khoảng từ 1 đến 60 phút.